

## SINTESIS KOMPOSIT TITANIA – SILIKA DENGAN PROSES SOL GEL

Muhammad Fayrus, Alfian Yusuf Putra Santoso, Srie Muljani\*

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran”  
Jawa Timur, , Jalan Raya Rungkut Madya Gunung Anyar, Surabaya 60249, Indonesia

\*) e-mail: sriemuljani.tk@upnjatim.ac.id

Received 24 Februari 2020; Accepted: 22 Maret 2020; Available online: 31 Maret 2020

### Abstrak

*Sintesis komposit titania silika telah berhasil dibuat dari geothermal sludge dengan menggunakan metode sol gel dan sonikasi. Sonikasi digunakan untuk mengecilkan partikel  $\text{TiO}_2$  dengan bantuan alat sonikator dengan larutan asam sulfat sebagai pelarut  $\text{TiO}_2$ . Sedangkan metode sol gel digunakan untuk mengkompositkan antara silika dari geothermal sludge yang diekstraksi menggunakan NaOH menjadi larutan natrium silika dengan larutan  $\text{TiO}_2$  yang sudah disonikasi sehingga terbentuk komposit titania silika. Untuk mempelajari pengaruh komposisi dari komposit digunakan  $\text{TiO}_2$  dengan berat 4-8 gram dan pH gelling dari proses sol gel dengan pH 4-8. Komposit titania silika yang terbentuk akan dikarakterisasi menggunakan X-Ray fluorescence (XRF), X-Ray Diffraction (XRD), dan Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR). Dari analisa yang dilakukan didapatkan hasil bahwa, dengan penambahan berat  $\text{TiO}_2$  yang berbeda dan pH gelling yang berbeda didapatkan rasio silika/titania dengan rentang 0,3113-1,5268. Gugus yang menunjukkan adanya ikatan titania silika dapat dilihat pada bilangan gelombang 965,1 dan 967,03  $\text{cm}^{-1}$ . Pola XRD dari komposit menunjukkan adanya silika amorf dan kristal titania sehingga terdapat titania dan silika dalam produk. Komposit titania silika dapat digunakan pada proses adsorpsi jika komposisi silika lebih banyak dibanding titania, sedangkan jika komposisi titania lebih banyak digunakan pada proses oksidasi.*

*Kata kunci: komposit; lumpur geotermal; silika; titania.*

### Abstract

*Synthesis of titania silica composites has been made from geothermal sludge using sol gel and sonication methods. Sonication is used to decrease particles of  $\text{TiO}_2$  which helped of a sonicator with sulfuric acid solution as solvent for  $\text{TiO}_2$ . Then, the sol gel method is used to synthesize titania-silica with silica (from geothermal sludge) and  $\text{TiO}_2$  solution as resources. To study the effect composition of the composite used  $\text{TiO}_2$  from 4 until 8 grams of weight and pH of gelling from the sol gel process from 4 until 8. The product will be characterized with X-Ray fluorescence, X-Ray Diffraction, and Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. From the analysis shows, by variation weights of  $\text{TiO}_2$  and variation pH of gelling, ratio of the product is obtained in range of 0,3113 until 1,5268. Then showing the presence of titania-silica bonds can be seen at 965.1 and 967.03  $\text{cm}^{-1}$  of wave numbers. The XRD pattern of the composite shows the presence of amorphous silica and titania crystals on product. This product can be used in the adsorption process if the compositions of silica is higher than titania, it can be used in the oxidation process if the compositions of titania is domination.*

*Key words : composite; geothermal sludge; silica; titania*

## PENDAHULUAN

Material komposit belum berkembang begitu pesat dan belum banyak diaplikasikan di Indonesia. Namun material ini sejatinya sangat efisien digunakan karena jika material komposit terbentuk maka sifat – sifat fisika maupun kimia dari komposit ini akan lebih baik dari material penyusunnya [1]. Sifat unik ini dapat diubah dengan mengontrol ukuran material, komposisi kimiawi, modifikasi morfologi permukaan, dan interaksi antar partikel dengan penggabungan dua atau lebih material. Menurut [2] titanium dioksida merupakan fotokatalis yang memiliki aktivitas tinggi. Namun demikian, tingginya aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$  (Titanium (IV)oksida) ini tidak diimbangi oleh kemampuannya dalam melakukan adsorpsi. Sehingga, proses adsorpsi fotokatalitik pada  $\text{TiO}_2$  tidak berjalan dengan baik karena kontak antara  $\text{TiO}_2$  dengan polutan kurang maksimal. Untuk menutupi kekurangan tersebut maka  $\text{TiO}_2$  dibuat komposit dengan material berpori yang dapat digunakan sebagai adsorben diantaranya silika gel, karbon aktif, zeolit, dan bentonit.

Silika memiliki daya adsorpsi yang lebih besar sebagai adsorben logam berat besi (Fe) dibandingkan dengan bentonit [3]. Oleh karena itu, penelitian ini dikembangkan dengan sintesa komposit titania silika. Komposit tersebut disintesis dengan bahan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang berasal dari *geothermal sludge* dan  $\text{TiO}_2$  dengan melakukan variasi berat  $\text{TiO}_2$  dan pH dengan metode sonifikasi dan sol gel [4]. Hal ini untuk membuat komposit titania-silika agar dapat menyatu menjadi satu kesatuan yang nantinya dapat diaplikasikan untuk mereduksi COD dan BOD dalam limbah.

Salah satu topik riset yang memiliki aplikasi yang luas bagi manusia yaitu material komposit berbasis silika. Terdapat berbagai contoh, yakni pada pembuatan pupuk kalsium silika [5], sintesis matrik Si-K-Has [6], sintesis membran kitosan silika dari *geothermal sludge* [7], komposit silika-karbon [8], dan komposit silika [9]. Belum adanya informasi ilmiah tentang sintesis komposit silika berbahan baku *geothermal sludge* dan  $\text{TiO}_2$  menjadi faktor utama dalam pelaksanaan penelitian ini.

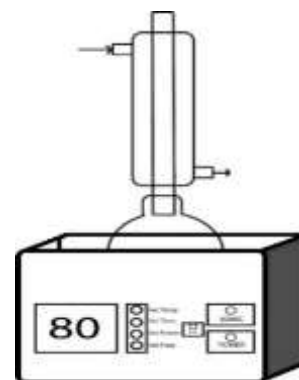
Dalam penelitian ini diharapkan produk yang dihasilkan mempunyai rasio titanium – silika yang berbeda dengan cara mempelajari jumlah  $\text{TiO}_2$  yang diberikan dan pH pada sintesis komposit. Produk digunakan untuk proses adsorpsi jika komposisi silika lebih banyak dibandingkan titania. Sedangkan, komposit mengandung komposisi titania lebih banyak, digunakan untuk proses oksidasi sebagai oksidator. Hasil pembentukan komposit akan dilakukan karakterisasi dengan menggunakan *X-Ray fluorescence (XRF)*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, dan *Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy*.

## METODE PENELITIAN

### Bahan dan alat

Semua bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini ialah  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  yang diekstraksi dari *geothermal sludge* 98,5% yang diambil dari limbah PLTB Dieng, lalu Titanium Dioksida dari PT Bratachem berkadar 99% & air demineralisasi, Natrium hidroksida berkadar 99%, dan Asam sulfat berkadar 98%.

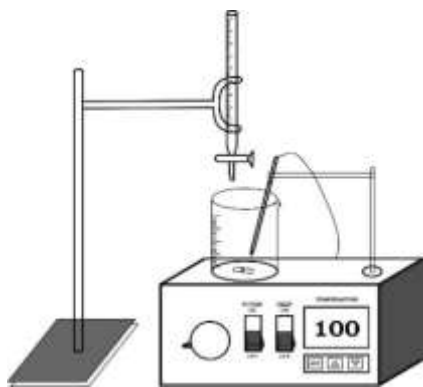
$\text{TiO}_2$  dengan berat 4-8 gram di tambahkan dengan asam sulfat lalu disonikasi selama 60 menit.



**Gambar 1. Rangkaian alat sonikator**

Rangkaian alat pada gambar 1 terdapat komponen untuk melarutkan  $\text{TiO}_2$ . Rangkaian alat terdiri dari kondensor sebagai pendingin, labu volumetrik 1000ml sebagai wadah dan sonikator.

Larutan  $\text{TiO}_2$  dan asam sulfat secara simultan di tambahkan dengan larutan natrium silika hingga mencapai pH 4-8.



**Gambar 2. Rangkaian alat sintesis titania silika**

Pada gambar 2 alat-alat yang diperlukan untuk sintesis titania silika berupa buret untuk wadah penambahan silika, *beaker glass* untuk wadah larutan, statif sebagai penyangga. Kemudian, terdapat pendeteksi temperatur, dan *magnetic stirrer* sebagai pengaduk

### Prosedur

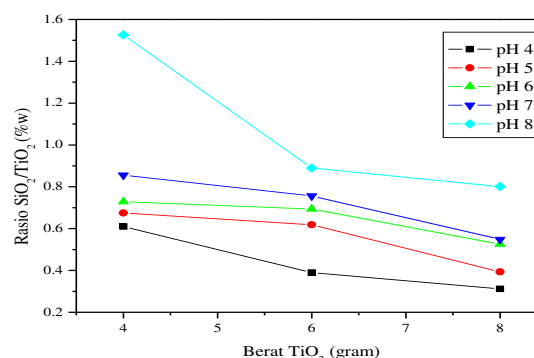
Pada penelitian ini digunakan silika dari *geothermal sludge*. Pembuatan silika dilakukan dengan cara ekstraksi silika dari *geothermal sludge* sebanyak 62gram menggunakan natrium hidroksida sehingga terbentuk larutan natrium silika. Setelah itu melarutkan  $\text{TiO}_2$  sebanyak 4-8gram dengan larutan asam sulfat lalu di-*mixing* dan disonikasi selama 1jam. Dalam pembuatan komposit titania silika, dilakukan dengan cara mencampurkan larutan  $\text{TiO}_2$  asam sulfat dengan natrium silika hingga mencapai pH 4-8. Setelah bercampur larutan didiamkan selama satu malam untuk proses *aging*. *Gel* atau presipitat yang terbentuk selama proses *aging* dicuci dengan air demineralisasi. Hasil *gel* atau presipitat yang sudah dicuci dikeringkan dengan oven pada temperatur  $100^\circ\text{C}$ , dan hasil komposit titania silika dianalisa dengan XRF, XRD, dan FTIR

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Untuk mengetahui penyebaran partikel  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{SiO}_2$  maka, dilakukan analisa XRF. Pada analisa ini dapat diketahui bagaimana

komposisi dari komposit titania silika, tabel 1 menunjukkan hasil analisa XRF komposit titania silika. Untuk mengetahui hubungan antara pengaruh penambahan berat  $\text{TiO}_2$  terhadap rasio  $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ , dapat dilihat pada gambar 3. Berdasarkan gambar 3 hasil analisis menunjukan semakin banyak penambahan berat  $\text{TiO}_2$ , maka rasio  $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$  akan semakin menurun. Seperti ditunjukan pada penambahan  $\text{TiO}_2$  hingga berat 8gram, dihasilkan semua grafik mengalami *trend* menurun. Hal ini diakibatkan saat dilakukan penambahan berat  $\text{TiO}_2$ , kandungan  $\text{TiO}_2$  akan semakin meningkat dengan banyaknya  $\text{SiO}_2$  yang sama.

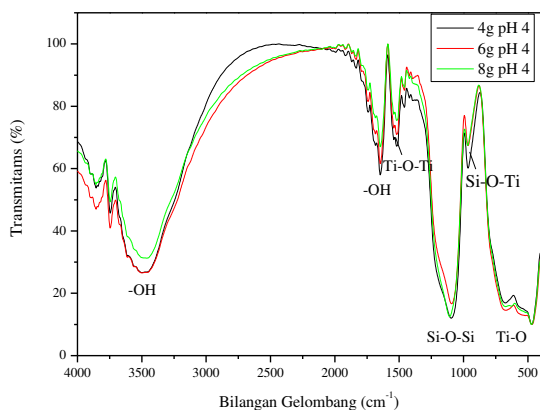
**Gambar 3 Hubungan antara pengaruh penambahan berat  $\text{TiO}_2$  terhadap rasio  $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ .**



Hal ini juga diperkuat dengan penelitian yang telah dilakukan oleh [10] bahwa jumlah  $\text{TiO}_2$  yang terinkorporasi pada matriks silika meningkat dengan penambahan jumlah titania yang semakin banyak. Hasil karakterisasi FTIR komposit titania silika digunakan untuk mengetahui adanya ikatan antara titania dan silika. Hal ini dapat dilihat pada gambar 4 dimana puncak pada bilangan gelombang  $3460,82\text{cm}^{-1}$ ,  $3466,61\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi -OH dari silanol Si-OH. Sedangkan, pada bilangan gelombang  $1647,86\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi gugus -OH dari molekul air. Bilangan gelombang  $671,94\text{cm}^{-1}$ ,  $673,87\text{cm}^{-1}$  dan  $675,8\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi Ti-O dari Ti-O-Ti yang ditunjukkan pada pita serapan  $1520,6\text{cm}^{-1}$ .

**Tabel 1. Komposisi komposit titania silika**

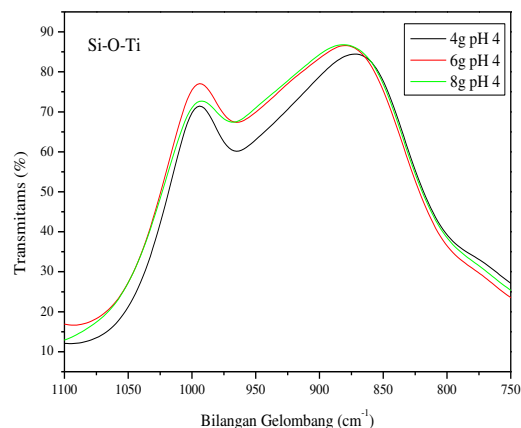
Berat (gram)	pH 4		pH 5		pH 6		pH 7		pH 8	
	% $\text{SiO}_2$	% $\text{TiO}_2$	% $\text{SiO}_2$	% $\text{TiO}_2$	% $\text{SiO}_2$	% $\text{TiO}_2$	% $\text{SiO}_2$	% $\text{TiO}_2$	% $\text{SiO}_2$	% $\text{TiO}_2$
4	23.1	37.9	27.3	40.3	41.1	58.43	41.8	48.86	51.3	33.6
6	26.2	67.2	37.7	60.95	37	53.31	42.7	56.49	41.6	46.78
8	23.2	74,84	25.2	64.92	33.9	64.5	33.1	60.34	44.1	55.05



**Gambar 4. Spektra FTIR komposit titania silika dengan penambahan 4, 6, dan 8 gram  $\text{TiO}_2$  pada pH 4**

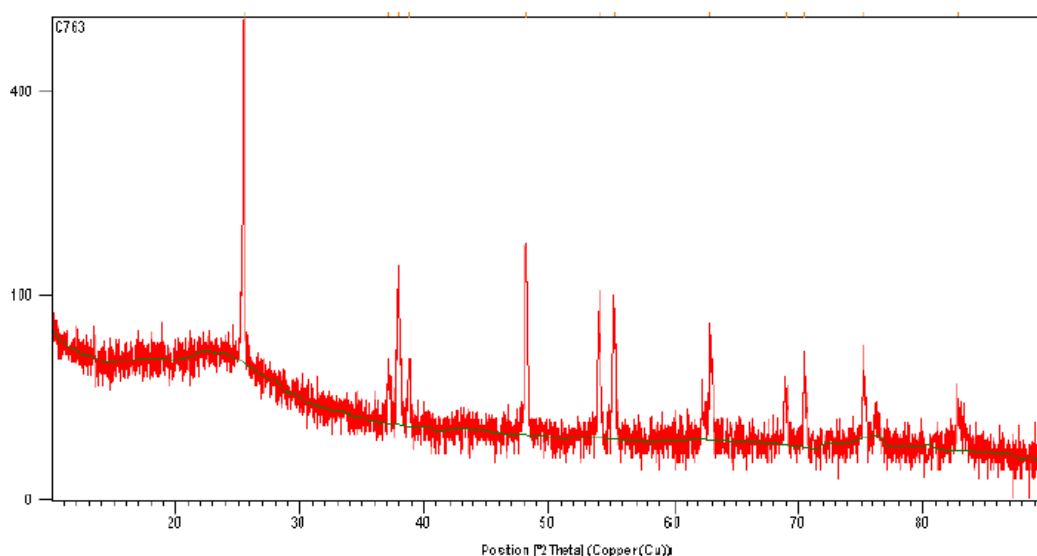
Vibrasi dari ikatan Si-O-Si ditunjukkan pada pita serapan  $1092,4\text{cm}^{-1}$  dan  $1096,25\text{cm}^{-1}$ . Pada gugus fungsi Si-O-Ti berada pada bilangan gelombang  $965,1\text{cm}^{-1}$ , dan  $967,03\text{cm}^{-1}$  hal ini menunjukkan bahwa silika berinteraksi dengan titania.

Gugus Si-O-Ti merupakan hasil dari ikatan *cross linking* antara titania dan silika dan digambarkan pada gambar 5. Dengan penambahan berat  $\text{TiO}_2$  yang berbeda pada pH yang sama dihasilkan ikatan Ti-O-Si dengan intensitas yang berbeda, sehingga penambahan berat  $\text{TiO}_2$  mempengaruhi ikatan komposit titania silika hal ini dapat dilihat pada gambar 5.



**Gambar 5. Perbesaran spektra FTIR penambahan 4, 6, dan 8 gram  $\text{TiO}_2$  pada pH 4**

Untuk mengetahui fasa kristalin dari produk digunakan analisa XRD. Analisa XRD akan menunjukkan pola-pola difraksi sinar X pada produk dan dapat dilihat pada gambar 6. Dari hasil analisa XRD pada sudut pola difraksi  $2\theta$  komposit titania silika didapatkan bahwa pada sudut antara 20 hingga 30 didapatkan silika amorf yang ditandai dengan bentuk landai menyerupai gunung, hal ini sesuai dengan percobaan yang menggunakan sumber silika dari *geothermal sludge* sehingga silika yang dihasilkan merupakan silika amorf. Menurut (JCPDS no 33-1161) pada sudut  $2\theta$   $17-30^\circ$  menandakan adanya gugus silika. Puncak-puncak silika



**Gambar 6 Hasil Analisa XRD Komposit Titania Silika pada 4 gram pH 4**

pada gambar 6 dapat dilihat pada sudut  $2\theta$   $25^\circ$  dan  $29^\circ$ . Sedangkan untuk  $\text{TiO}_2$  ditemukan pada sudut  $2\theta$   $26^\circ$ ,  $38^\circ$ ,  $48^\circ$ ,  $54^\circ$ ,  $56^\circ$ ,  $63^\circ$ ,  $75^\circ$  berdasarkan data JCPDS no 21-1272.

### SIMPULAN

Sintesis komposit titania silika dengan bahan baku serbuk  $\text{TiO}_2$  dan silika dari geothermal sludge berhasil dilakukan hal ini dapat ditunjukkan pada. Ikatan karakteristik dari komposit Si-O-Ti yang ada pada bilangan gelombang  $965,1\text{cm}^{-1}$ ,  $967,03\text{cm}^{-1}$ , dan  $968,96\text{cm}^{-1}$ . Dari pola XRD, komposit yang terbentuk menunjukkan adanya kristal  $\text{TiO}_2$  dan silika amorf

### SARAN

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai aplikasi dari komposit titania silika, dimana jika kadar  $\text{TiO}_2$  lebih tinggi dari  $\text{SiO}_2$  digunakan untuk proses oksidasi, sedangkan jika kadar  $\text{SiO}_2$  lebih tinggi dari  $\text{TiO}_2$  digunakan untuk proses adsorpsi

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] I. Sriyanti, "Nanocomposite prepared by simple mixing method," *PROCEEDING THIRD Int. Semin. Sci. Educ.*, "Challenging Sci. Education Digit. Era," 2014, doi: 0012-1606(90)90078-W [pii].
- [2] N. R. Aji, E. A. P. Wibowo, R. Ujiningtyas, H. Wirasti, and N. Widiarti, "Sintesis Komposit  $\text{TiO}_2$ -Bentonit dan Aplikasinya untuk Penurunan BOD dan COD Air Embung UNNES," *J. Kim. Val.*, 2016, doi: 10.15408/jkv.v0i0.3620.
- [3] I. S. Hardyanti, I. Nurani, D. S. Hardjono HP, E. Apriliani, and E. A. P. Wibowo, "Pemanfaatan Silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan Bentonit sebagai Adsorben Logam Berat Fe pada Limbah Batik," *JST (Jurnal Sains Ter.)*, 2017, doi: 10.32487/jst.v3i2.257.
- [4] D. Candani, M. Ulfah, W. Noviana, and R. Zainul, "Pemanfaatan Teknologi Sonikasi," *FMIPA Univ. Negeri Padang*, 2018.
- [5] S. Ketut, S. Muljani, *Ketut Sumada&Srie\_Muljani\_SemnaS b\_2016*. "Produksi Pupuk Kalium Silika ( $\text{SiO}_2$ .  $\text{K}_2\text{O}$ ) Berbahan Baku Geothermal Sludge Dengan Metode Gelling". *Jurnal Teknik Kimia*, 2016, doi: 10.14710/Jurnal Teknik Kimia.11.2.1-3
- [6] S. Muljani, B. W. Wahyudi, S. Suprihatin, and K. Sumada, "Synthesis of Matrix Si-K-HAs Gel from Geothermal Sludge and Peat," *Reaktor*, 2018, doi: 10.14710/reaktor.18.2.76-83.
- [7] S. Muljani, K. A. Kusuma, L. Nofitasari, A. R. Amalia, and N. Hapsari, "SINTESIS MEMBRAN KITOSAN SILIKA DARI GEOTHERMAL SLUDGE," *J. Tek. Kim.*, 2018, doi: 10.33005/tekkim.v13i1.1150.
- [8] T. H. Liou and C. C. Yang, "Synthesis and surface characteristics of nanosilica produced from alkali-extracted rice husk ash," *Mater. Sci. Eng. B Solid-State Mater. Adv. Technol.*, 2011, doi: 10.1016/j.mseb.2011.01.007.
- [9] E. A. P. Wibowo, "PERBANDINGAN FOTOKATALIS  $\text{TiO}_2$ /KITOSAN DAN  $\text{TiO}_2$ /BENTONIT SERTA APLIKASINYA SEBAGAI PENJERNIH AIR EMBUNG UNNES," *JST (Jurnal Sains dan Teknol.)*, 2017, doi: 10.23887/jst-undiksha.v5i2.8580.
- [10] Kunarti, E. S., Wahyuni, E. T. & Hapsari, I. A., "Inkorporasi Titania Pada Matriks Silika dan Pengaruhnya Terhadap Aktivitas Fotokatalitik Titania Pada Degradasi Metil Oranye" *J. Manusia dan Lingkungan*, 2011, doi: 10.15408/JM&L.1-8